

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 08-231858

(43)Date of publication of application : 10.09.1996

(51)Int.Cl.

C08L 83/07

C08L 83/05

(21)Application number : 07-033241

(71)Applicant : TOSHIBA SILICONE CO LTD

(22)Date of filing : 22.02.1995

(72)Inventor : NISHIWAKI NOBUYUKI
TOBA YUMIKO

(54) METHOD OF PREPARING FLAME-RETARDANT SILICONE GEL COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a flame-retardant silicone gel composition by mixing a specified polyorganosiloxane with a specified polyorganosiloxane copolymer, a polyorganohydrogensiloxane and a platinum compound.

CONSTITUTION: This composition is prepared by mixing 100 pts.wt. polyorganosiloxane (A) (wherein the content of the Si-bonded vinyl groups is 0.1-2.0 on the average per molecule, the organic groups which are other than the vinyl groups and bonded to Si atoms are monovalent hydrocarbon groups, and the viscosity is 50-100000cp) at 25° C) with 0-200 pts.wt. polyorganosiloxane copolymer (B) (wherein the content of the Si-bonded vinyl groups is 2.5-10mol%, and the ratio of (R')₃SiO_{0.5} units to SiO₂ units is 0.4-1 (wherein R' is a monovalent hydrocarbon group or vinyl group), a polyorganohydrogensiloxane (C) in such an amount that the number of the Si-bonded hydrogen atoms is 0.1 to 5.0 times as high as the total number of the Si-bonded vinyl groups of A and B, and 5-100ppm (in terms of Pt) of a platinum compound.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

【特許請求の範囲】

【請求項1】(A) ケイ素原子に結合せるビニル基が1分子中に平均 0.1~2.0 個存在し、ケイ素原子に結合せる残余の有機基が脂肪族不飽和結合を含め置換又は非置換の1価の炭化水素基であり、25℃における粘度が50~100000cPであるポリオルガノシロキサン、100 重量部、
(B) (R')₂SiO単位を含み又は含まず、(R')₃SiQ₂、単位とSiQ₂単位(式中R'は脂肪族不飽和結合を含有しない1価の炭化水素基及びビニル基から選ばれた基を示す)よりなり、ケイ素原子の 2.5~10モル%はケイ素原子に直結するビニル基を有し、(R')₃SiQ₂、単位: SiQ₂単位の比が 0.4: 1~1: 1であるポリオルガノシロキサン共重合体、0~200 重量部

(C) ケイ素原子に結合せる水素原子が1分子中に平均2個を越える数存在し、ケイ素原子に結合せる残余の有機基が置換または非置換の1価の炭化水素基であるポリオルガノヒドロジェンシロキサン、ケイ素原子に結合せる水素原子の数の和が(A)、(B)のケイ素原子に結合せるビニル基1個に対して 0.1~5.0 個となる量

(D) 白金系化合物、1種類あるいは複数の併用でPt原子として(A)、(B)および(C)の合計量に対して5 ppm以上100ppm以下となる量

を含有する難燃性シリコーンゲル組成物の調製方法であって、(A)成分および所望により配合される(B)成分の全量あるいは一部と(D)成分共存下に(C)成分の一部を加え、30℃以上100℃以下の温度で15分から24時間エージング処理した後、針入度を調整しながら(C)成分を追添加することを特徴とする難燃性シリコーンゲル組成物の調製方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の技術分野】本発明は難燃性シリコーンゲル組成物の調製方法に関する。

【0002】

【発明の技術的背景とその問題点】シリコーンゲルは、電気絶縁性、耐熱性、防湿性、電気特性、安定性、柔軟性など優れた性質を有するため、電気・電子分野、光学・オプトエレクトロニクス、センサーなどの分野でコーティング剤やポッティング剤などの用途に広く使用されている。さらには建築の分野ではフィルターのシール材などにも利用されてきた。中でも付加反応によって硬化するシリコーンゲル組成物は、常温または適切な加熱により速やかに硬化する、硬化反応時に腐蝕性物質の放出がないなどの特性から特にこの分野における用途が大いに広がっている。より具体的に述べればシリコーンゲルは、電気・電子分野では、部品のポッティング、封止用として、特にパワートランジスター、IC、コンデンサー等の制御用回路素子を被覆し、熱的及び機械的障害から保護するための被覆材料として使用されている。ところで、これらの部品は、近年、小型化、大容量化の一途

をたどっている。これに伴い、これら電気・電子部品にかかる負荷も増大しており、過大な負荷がかかった場合に、大容量の通電により部品の発火、燃焼が起こりやすいという問題が生じてきた。また、建築の分野に用いられる場合であっても、耐火・難燃の材料が望まれている。しかしながら、現状ではこのような問題に対応し得るゲル状シリコーン組成物は殆ど提供されていなかった。即ち、一般に、樹脂の難燃化を図るには、有機ハロゲン系の難燃剤を配合することが知られているが、これらは高温下においてハロゲンの有毒ガスを発生するという問題があるため、ゲル状シリコーン組成物の場合は適用し得なかった。そこで、本出願人は、石英等の特定の充填剤を必須成分とする、難燃性に優れたシリコーンゲル組成物を提案した(特開平6-16937号公報)。かかるシリコーンゲル組成物は難燃性に優れたものであるが、その後の検討によれば、シリコーンゲルは一般的に低粘度が要求されるため、充填剤の添加による高粘度化および充填剤の沈降等の支障が考えられ、また、白金添加量が少ない領域でのみ実施例が検討され、白金量が増加した場合における保存安定性にやや難があることが判明した。さらに石英等の充填剤を必須成分とするため、シリコーンゲルの透明性を重要視する用途には適用できないという問題もあった。

【0003】

【発明の目的】本発明は上記従来技術の問題点に鑑み案出されたものであり、本発明の目的は従来のシリコーンゲルの優れた特性を維持しつつ、難燃性にも優れたシリコーンゲル組成物を安定して製造する方法を提供することにある。

【0004】

【発明の構成】本発明者らは、このような組成物を得るべく検討を重ねた結果、シリコーン組成物において、ある種の特定シリコーンポリマーに特定量の白金化合物を入れると従来のシリコーンゲルの特徴を損なわず、且つ難燃性に優れることを見い出した。また、一成分タイプの組成物においては、特定量の白金化合物を添加することにより経時的に架橋成分の分解に伴う硬化性の著しい低下が観察され、これを解決するためには架橋剤成分の一部を加えエージングした後、更に架橋剤成分を加え針入度合わせをすることにより保存安定性を改良することができることを見出し本発明を完成させるに至った。

【0005】即ち本発明は、

(A) ケイ素原子に結合せるビニル基が1分子中に平均 0.1~2.0 個存在し、ケイ素原子に結合せる残余の有機基が脂肪族不飽和結合を含め置換又は非置換の1価の炭化水素基であり、25℃における粘度が50~100000cPであるポリオルガノシロキサン、100 重量部、

(B) (R')₂SiO単位を含み又は含まず、(R')₃SiQ₂、単位とSiQ₂単位(式中R'は脂肪族不飽和結合を含有しない1価の炭化水素基及びビニル基から選ばれた基を示す)よ

りなり、ケイ素原子の2.5~10モル%はケイ素原子に直結するビニル基を有し、 $(R')_3SiO_2$ 、単位： SiO_2 単位の比が0.4:1~1:1であるポリオルガノシロキサン共重合体、0~200重量部

(C) ケイ素原子に結合せる水素原子が1分子中に平均2個を超える数存在し、ケイ素原子に結合せる残余の有機基が置換または非置換の1価の炭化水素基であるポリオルガノハイドロジェンシロキサン、ケイ素原子に結合せる水素原子の数の和が(A)、(B)のケイ素原子に結合せるビニル基1個に対して0.1~5.0個となる量

(D) 白金系化合物、1種類あるいは複数の併用でPt原子として(A)、(B)および(C)の合計量に対して5ppm以上100ppm以下となる量

を含有する難燃性シリコーンゲル組成物の調製方法であって、(A)成分および所望により配合される(B)成分の全量あるいは一部と(D)成分共存下に(C)成分の一部を加え、30℃以上100℃以下の温度で15分から24時間エージング処理した後、針入度を調整しながら(C)成分を追加することを特徴とする難燃性シリコーンゲル組成物の調製方法である。

【0006】以下に、先ず本発明を構成する各成分を説明する。(A)成分のポリオルガノシロキサンは、ケイ素原子に結合せるビニル基を1分子中に平均0.1~2.0個含有するものである。ビニル基の量が0.1個より少ないと、架橋にあたらないポリオルガノシロキサンが増加して、硬化して得られたゲル状物の物理的性質及び基材への粘着性が著しく低下する。またビニル基の量が2.0個より多いとシリコーンゲルとしての柔らかさを発揮できなくなる。(A)のポリオルガノシロキサンのケイ素原子に結合せる上記ビニル基以外の残余の有機基は脂肪族不飽和結合を含まぬ置換又は非置換の1価の炭化水素基であり、具体的にはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、オクチル基、デシル基、ドデシル基のようなアルキル基、フェニル基のようなアリール基、β-フェニルエチル基、β-フェニルプロピル基のようなアラルキル基、及びクロロメチル基、シアノエチル基、3,3,3-トリフルオロプロピル基のような置換炭化水素基が例示されるが、合成の容易なこと、未硬化の状態での取り扱いやすいこと、並びにゲル状物の耐熱性や物理的性質から、メチル基であることが好ましい。また、耐寒性を要求されるときは全有機基中の8モル%まで、特に高い耐熱性、耐放射線性又は高い屈折率を要求されるときは全有機基中の50モル%までのフェニル基を導入することが推奨される。粘度は25℃において50~100,000cP、好ましくは100~5,000cPの範囲から選ばれる。ポッティングに用いられるときは、100~1,500cPの範囲が最も好ましい。50cPよりも低いと流れやすく、また反応後の物理的性質が悪い。また100,000cPを超えると作業性が悪くなる。(A)のポリオルガノシロキサンのシロキサン骨格は、直鎖状でも分岐状でも

よく、また両者の混合物でもよいが、合成の容易さと、ゲル状物に適度の柔らかさを与えることから、実質的に直鎖状であることが好ましい。少量の環状ポリオルガノシロキサンが共存しても差し支えないが、ケイ素原子に結合せるビニル基を有していても反応性が低く、粘着性をもったゲル状物の形成には寄与しない。ポリオルガノシロキサン中のビニル基は、分子の途中のケイ素原子、末端のケイ素原子のいずれに結合していてもよいが、反応速度や反応によるゲル状物形成効果から、末端のケイ素原子に結合することが好ましい。このようなポリオルガノシロキサン(A)は、例えば両末端にケイ素原子に結合せるビニル基を有するビニル基含有ポリオルガノシロキサンと、ビニル基を含まぬ直鎖状ないし分岐状のポリオルガノシロキサンを、必要があればビニル基を含まぬポリジオルガノシロキサンと共に前述の粘度範囲を実現する平均分子量と該ビニル基の量を満足するように配合し、硫酸、塩酸、活性白土などの酸触媒、又は水酸化カリウム、水酸化テトラメチルアンモニウムなどのアルカリ触媒の存在下に、常法によりシロキサンの切断、平衡化を行うことによって合成される。この場合、原料の一部として環状ポリシロキサン、特にビニル基を含まぬ環状ポリシロキサンを併用してもよい。平衡化の後、常法により触媒を除去し、減圧で加熱することにより、副生した、ないし未反応の低分子ポリオルガノシロキサンを除去して精製される。

【0007】本発明における成分(B)のポリオルガノシロキサン共重合体は、補強性充填剤を含有しなくても組成物に十分な強度を与えるための成分で、脂肪族不飽和結合を含有しない1価の炭化水素基又はビニル基であるR'基を有し、R'基の少なくとも前述した割合がビニル基であるポリオルガノシロキサン共重合体である。ビニル基でないR'基は成分(A)のR基と同じ範囲のもの及びその類似の基であり、その好ましい実施態様は脂肪族不飽和結合を含有しない1価の炭化水素基の全てがメチル基の場合である。ビニル基は $(R')_3SiO_2$ 、基の一部として、または $(R')_2SiO$ 基の一部として存在することができ、あるいはその両方に存在することもできる。共重合体成分(B)中の各種のシロキサン単位は、 $(R')_3SiO_2$ 、単位： SiO_2 単位の比が0.4:1~1:1にあるように選択される。 $(R')_2SiO$ 、単位の比が0.4未満では、成分(B)の安定性が悪くて制御よく合成することが困難であり、1を超えると硬化物に良好な機械的強度を与えることができない。 $(R')_2SiO$ 単位は共重合体中のシロキサン単位の全数を基準にして0ないし10モル%に等しい量で存在する。ケイ素結合ビニル基は共重合体中に位置している場所には無関係に、共重合体成分(B)中のケイ素原子の2.5ないし10.0モル%に等しい量で存在しているべきである。共重合体成分(B)は固体の樹脂状材料であり、多くの場合はキシレン又はトルエンのごとき溶媒中の溶質として、かつ一般には30~75重量%溶液として製

造される。組成物の取り扱いを容易にするため、共重合体成分(B)のこの溶液は通常ビニル鎖端ポリシロキサン成分(A)の一部又は全部中に溶解し、得られた溶液より溶媒を留去して成分(A)と共重合体成分(B)の混合物を造ってもよいし、予め溶媒を除いた成分(B)を用いても構わない。成分(B)の量は、成分(A)100重量部に対して0~200重量部、好ましくは10~80重量部である。

【0008】本発明における(C)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサンは、架橋剤として作用する。すなわち、(C)成分のケイ素原子に結合せる水素原子が(D)成分の触媒の存在下、(A)、(B)成分のビニル基に付加反応し、ゲル状物を形成する。(C)成分のポリオルガノハイドロジェンシロキサンは、網状構造を形成するため、ケイ素原子に結合せる水素原子が1分子中に平均2個を超える数存在しなければならない。(C)成分におけるこのような水素原子は分子末端、分子の途中のいずれのケイ素原子に結合しても差し支えない。(C)成分のケイ素原子に結合せる有機基は、(A)、(B)のケイ素原子に結合せる有機基のうちビニル基以外のものとして挙げられたものと同様のものが例示されるが、合成の容易なことと耐熱性や物理的特性からメチル基が好ましい。シロキサン骨格は直鎖状でも分岐状、環状、網目状でもよい。(C)成分の粘度は特に制限されるものではないが、作業性及び合成の容易さから10000cp以下が好ましい。(C)成分の配合量は、(A)、(B)成分のケイ素原子に結合せるビニル基1個に対して(C)成分中のケイ素原子に結合せる水素原子の数の和(水素原子/ビニル基)が0.1~5.0個、好ましくは0.1~2.0個となる量である。又、(C)成分として、上記ケイ素原子に結合せる水素原子が1分子中に平均2個を超える数存在するポリオルガノハイドロジェンシロキサン(以下、(C-1)という)に加え、更に直接網状構造の形成にあずからないようにケイ素原子に結合せる水素原子が1分子中に平均0.1~2個に制御されたポリオルガノハイドロジェンシロキサン(以下、(C-2)という)を併用してもよい。重合度の比較的小さい(A)成分を用いる場合には、(C-2)を併用することにより、シリコーンゲルの柔軟性を維持させることができる。ここで、(C-2)を併用する場合で

あっても、(C-1)との合計の量が上記範囲を満足する必要がある。

【0009】本発明で用いられる(D)成分の触媒は、(A)、(B)成分のビニル基と(C)成分のヒドロシリル基との間の付加反応を促進するため、そして難燃性を付与するための成分である。アルコール変性塩化白金酸、塩化白金酸、白金とオレフィンとの錯体、白金とケトン類との錯体、白金とビニルシロキサン、白金とリン系化合物との錯体、などから例示される白金系化合物である。添加量は(A)、(B)および(C)成分の合計量に対して白金として5ppmから100ppmであり、1種ないしは2種以上の混合でも問題ない。5ppm未満では難燃性に乏しく、100ppm以上では難燃性に対する寄与が増加しないばかりではなく、ゲル組成物の透明性を著しく低下させる結果となり、透明性が要求される用途には使用できなくなる。

【0010】また、白金が多量に含有されると、ポリオルガノハイドロジェンシロキサンのケイ素結合水素原子を消失させる作用が著しくなる。また、上記白金添加量が5ppm以上100ppm以下の間にあっても、一成分タイプのものであると、系中のヒドリド切断反応が進行し、経時的にシリコーンゲルが硬化しなくなるあるいは針入度が著しく大きくなる現象が確認される。そのため、本発明においては、(A)成分および所望により配合される(B)成分と(D)成分共存下に(C)成分の一部を加えエージング処理した後、針入度を調整しながら(C)成分を追加することを特徴とする。ここで更に好ましくは、(A)成分および所望により配合される(B)成分の全量あるいは一部と(D)成分に対して、(D)成分の一部を追加後、(C)成分のヒドリドを含有するシロキサンの一部を加え、30℃以上100℃以下の温度で15分から24時間エージングした後、(D)成分の残りを加え、さらに(C)成分にて針入度を調整する方法である。上記製造方法において、概略をまとめると以下の表の通りとなる。尚、下記方法はあくまでも一つの例であり本発明の範囲を制約するものではない。

【0011】

【表1】

(A)成分および所望により加えられる(B)成分の全量あるいは一部

↓

〔添 加〕 (D)成分の一部あるいは全量

↓

〔攪 拌〕

↓

〔添 加〕 (C)成分の一部
(所望の1重量%~95重量%添加)

↓

〔加熱攪拌〕 30℃以上100℃以下の温度で
15分から24時間

↓

〔添 加〕 (A)、(B)、(D)成分の残量

↓

〔攪 拌〕

↓

〔針入度合わせ〕 (C)成分を追添加し所望の針入度を合わせる。

↓

製造終了

【0012】また、上記組成物に反応を抑制させるため、アセチレン系抑制剤、アミン系抑制剤、カルボン酸エステル系抑制剤などを添加することも可能である。さらに、本発明の特性を損なわない限りにおいて、シリカ粉、カーボン、金属酸化物等を加えてもよい。

【0013】

【発明の効果】上述した如く、本発明の難燃性シリコーン組成物の調製方法によれば、難燃性に優れたシリコーン組成物が得られ、さらに一成分型の組成物を調製した場合においても保存安定性を損なうことのないシリコーン組成物を提供することが可能である。従って、本発明の難燃性シリコーン組成物を電気・電子部品や半導体素子等の表面に形成することにより、またフィルター等のシール剤等に形成することにより万一発火したときにも燃焼しづらい部品が得られる。

【0014】

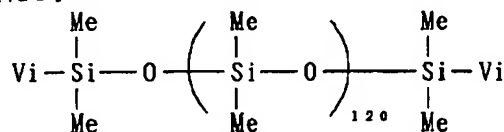
【実施例】以下、本発明の実施例を示す。尚、実施例中、部とあるのは全て重量部を表わし、また、粘度とあるのは25℃における粘度を表わす。また、Me、Viは、それぞれメチル基、ビニル基を表わす。以下に記すような材料を表2の配合により均一に混合して実施例および比較例の各組成物を調製し、針入度及び難燃性を評価した。針入度の測定は、ASTM D1403 1/4コーン稠度計を用いて行った。難燃性の測定はシリコーン組成物を加熱硬化させて得られたシリコーン組成物成形品(20mmφ、厚さ2mm)を試験片とし、これを無風下に垂直に固定し、その試験片の下端がブンゼンバーナーの青色の炎(内炎9.5mm、高さ19mm)の内炎上部にわずかに接する

位置で10秒間炎をあてて着火し、次いでブンゼンバーナーを遠ざけ、消炎するまでの時間(秒)を測定した。ここで試験片5枚について各2回の接炎試験を行い、合計10回の総和(秒)をもって難燃性のデータとした。

(A)成分としてポリシロキサンI 平均式

【0015】

【化1】

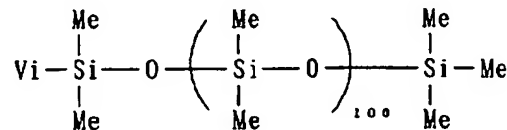


【0016】で表されるビニル基を含有するポリジメチルシロキサン 粘度400cP

(A)成分としてポリシロキサンII 平均式

【0017】

【化2】

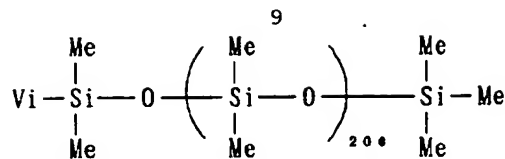


【0018】で表されるビニル基を含有するポリジメチルシロキサン 粘度300cP

(A)成分としてポリシロキサンIII 平均式

【0019】

【化3】



【0020】で表されるビニル基を含有するポリジメチルシロキサン 粘度800cP

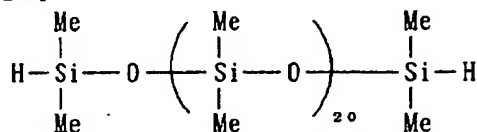
(B) 成分として 60mol%のSiO₂単位、37.2mol %のMe₂SiO₂単位及び2.8mol%のMeViSiO₂単位からなる共重合体

(C) 成分としてケイ素原子に結合せる水素原子が一分子中に8個存在するポリメチルヒドロジェンシロキサン 粘度30cP (C-1)

(C) 成分として

【0021】

【化4】



【0022】で表されるポリメチルヒドロジェンシロキサン 粘度18cP (C-2)

(D) 成分として白金-1；塩化白金酸とテトラメチルテトラビニルシクロテトラシロキサンを加熱して得られたもの。白金量 1.8重量%

白金-2；塩化白金酸とテトラキストリフェニルホスファイトの反応物。白金量 6.0重量%

また、一成分型の製品形態に関しては、反応抑制剤の添加が好ましいため、反応抑制剤として1-エチニル-1-シクロヘキサノールを加える。

【0023】実施例1

(A) 成分のポリシロキサン(I) 100重量部に(D)成分の白金触媒(D-1)を0.05重量部(10ppm)、(D-2)を0.05重量部(30ppm)および1-エチニル-1-シクロヘキサノールを0.02重量部添加後、充分攪拌した。この調製物に(C)成分の(C-2)を5重量部加え、さらに(C-1)を0.5

10

重量部加え、80℃/2hの加熱攪拌を行った。この調製物を室温まで冷却後、針入度が50になるように(C-1)成分を0.3重量部添加した。この組成物の配合量および評価結果は、表2に示した。

実施例2

加熱攪拌を30℃/24hに変えた他は、実施例1と同様にして組成物を調製した。

実施例3

加熱攪拌を100℃/30分に変えた他は、実施例1と同様にして組成物を調製した。

実施例4

(A) 成分のポリシロキサン(II) 100重量部に(B)成分の共重合体12重量部、(D)成分の白金触媒(D-1)を0.05重量部(10ppm)、(D-2)を0.05重量部(30ppm)および1-エチニル-1-シクロヘキサノールを0.02重量部添加後、充分攪拌した。この調製物に(C)成分の(C-2)を4重量部加え、さらに(C-1)を0.4重量部加え、80℃/2hの加熱攪拌を行った。この調製物を室温まで冷却後、針入度が50になるように(C-1)成分を0.1重量部添加した。この組成物の配合量および評価結果は、表2に示した。

実施例5

(A) 成分のポリシロキサン(I) 50重量部及びポリシロキサン(III) 50重量部に(D)成分の白金触媒(D-1)を0.25重量部(50ppm)、(D-2)を0.05重量部(30ppm)および1-エチニル-1-シクロヘキサノールを0.02重量部添加後、充分攪拌した。この調製物に(C)成分の(C-1)を0.2重量部加え、80℃/2hの加熱攪拌を行った。この調製物を室温まで冷却後、針入度が50になるように(C-1)成分を0.8重量部添加した。この組成物の配合量および評価結果は、表2に示した。

比較例1~2

各成分の種類および配合量を表2の如く変えた他は、実施例1と同様にして組成物を調製した。この組成物の配合量および評価結果は、表2に示した。

【0024】

【表2】

		実 施 例					比 較 例	
		1	2	3	4	5	1	2
配 合 組 成 (部)	(A) I	100	100	100	—	50	100	100
	II	—	—	—	100	—	—	—
	III	—	—	—	—	50	—	—
	(B)	—	—	—	12	—	—	—
	(C) C-1	0.8	0.8	0.8	0.5	1.0	1.0	1.0
	C-2	5	5	5	4.0	—	—	—
	(D) D-1	0.05 (10ppm)	0.05 (10ppm)	0.05 (10ppm)	0.05 (10ppm)	0.25 (50ppm)	0.50 (100ppm)	0.01 (2ppm)
	D-2	0.05 (30ppm)	0.05 (30ppm)	0.05 (30ppm)	0.05 (30ppm)	0.05 (30ppm)	0.05 (30ppm)	0.03 (2ppm)
	抑制剤	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20	0.20
	水素原子/ ビニル基	0.67	0.67	0.67	0.33	0.67	0.56	0.56
硬化後外観 (150℃/1h)		透 明	透 明	透 明	透 明	透 明	褐色不透明	透 明
針入度 (150℃/1h)		52	48	46	60	60	90	50
燃 焼 (秒)		70	100	60	96	100	120	燃 焼

【0025】比較例3

実施例1において、加熱攪拌工程を削除する以外は同様に組成物を調製した。即ち、(A)成分のポリシロキサン(I) 100重量部に(D)成分の白金触媒(D-1)を0.05重量部(10ppm)、(D-2)を0.05重量部(30ppm)および1-エチニル-1-シクロヘキサノールを0.02重量部添加

後、充分攪拌し、この調製物に(C)成分の(C-2)を5重量部加え、さらに(C-2)を0.8重量部加えた。この組成物を150℃/1hで硬化させると針入度は53であった。この組成物を50℃/24hでエージング後、さらに150℃/1hの条件で硬化させたが、針入度は85までアップしており、硬化性の著しい低下が確認された。



Creation date: 02-12-2004
Indexing Officer: VHARRIS - VAUGHN HARRIS
Team: OIPEBackFileIndexing
Dossier: 29186672

Legal Date: 01-15-2004

No.	Doccode	Number of pages
1	IDS	3
2	ARTIFACT	1
3	ARTIFACT	1

Total number of pages: 5

Remarks:

Order of re-scan issued on